

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE AÇO API 5L X65, AUSTENITIZADO E RESFRIADO A DIFERENTES TAXAS DE RESFRIAMENTO¹

P. H. Ogata², M. G. Ramírez², H. Goldenstein², A. A. Gorni³, F. J. G. Landgraf²

RESUMO

Este trabalho tem por objetivo caracterizar por meio de análise metalográfica e microdureza o aço microligado para tubo API 5LX65, empregado no transporte de gás natural e petróleo, submetido a tratamentos térmicos de austenitização e resfriamento contínuo sob diferentes taxas de resfriamento. O estudo da microestrutura dos aços de Alta Resistência e Baixa Liga (ARBL) quando submetidos a diferentes ciclos térmicos permite associar diferentes microestruturas a variações na resistência mecânica e tenacidade do material. Amostras foram austenitizadas em um dilatômetro de têmpera a 950°C por 180s e resfriadas nas taxas de resfriamento: 0,5°C/s, 1°C/s, 5°C/s, 10°C/s, 20°C/s, 30°C/s e 40°C/s. Através dos valores de temperatura e tempo de transformação para cada taxa de resfriamento foi obtida a curva de Transformação por Resfriamento Contínuo (TRC) do material. As microestruturas e microdurezas correspondentes às diferentes taxas de resfriamento foram discutidas e interpretadas à luz dos conhecimentos da literatura sobre as transformações nestes aços.

Palavras-Chave: aços microligados; aços API; microestrutura; curva TRC;

¹ Trabalho apresentado no 18º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência de Materiais – CBECiMat, Porto de Galinhas (PE), Novembro de 2008.

² Escola Politécnica da USP, Departamento de Engenharia Metalúrgica e Materiais, Av. Professor Mello Moraes 2463, 05508-900 São Paulo SP. E-Mail: paulohogata@usp.br

³ Companhia Siderúrgica Paulista – COSIPA, Gerência de Suporte Técnico da Laminação a Quente, Estrada de Piaçagüera km 6, 11573-900 Cubatão SP.

INTRODUÇÃO

Na fabricação de aços para gasodutos são empregados modernos processos de produção, para que as propriedades mecânicas se adéquem à norma API 5L. Os aços de Alta Resistência e Baixa Liga (ARBL) são muito utilizados nos sistemas de transporte de gás natural e petróleo, pois aliam resistência e boa tenacidade a baixas temperaturas.

O aumento da resistência destes aços proporcionou o menor consumo de material permitindo também o transporte de gás a maiores pressões. A adição de elementos como Nb, Ti, V, atrelado ao processo de laminação termomecânica controlada, possibilita o refinamento da microestrutura, endurecimento por precipitação e endurecimento por transformação de fase ⁽¹⁾.

Para a compreensão do controle da resistência mecânica, tenacidade e soldabilidade é necessária a caracterização microestrutural destes aços. O presente trabalho mostra como a morfologia da microestrutura pode ser alterada em função das diferentes taxas de resfriamento aplicadas após a austenitização do aço. O diagrama de transformação por resfriamento contínuo (TRC), fornece ferramentas para adequar a microestrutura obtida no processamento (laminação termomecânica controlada, soldagem, dobramento dos tubos) com as propriedades mecânicas exigidas pela norma API 5L.

MATERIAIS E MÉTODOS

O aço em estudo é um aço microligado para tubos da série API 5L X65 produzido pela COSIPA. A chapa possui as seguintes dimensões: 17,48 X 375 X 465 mm. A composição química está especificada na Tabela 1:

Tabela 1: Composição química (% em peso) do aço API X65.

C	Mn	P	S	Si	Al	Nb+Ti+V	N
0,095	1,49	0,018	0,002	0,23	0,044	0,1% máx.	0,005

As amostras foram usinadas em corpos de prova com espessura de 12mm e diâmetro de 2mm. Eles foram austenitizados a 1200°C por 3 minutos (solubilizando grande parte dos precipitados) e esfriadas em água. Depois foram ensaiadas em um dilatômetro da marca Adamel Lhomargy do Laboratório do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EPUSP com diferentes taxas de resfriamento. O dilatômetro é constituído por um forno de lâmpadas de fio de

tungstênio, refletores elípticos que concentram o calor sobre a amostra, termopar alumel-cromel tipo K de 0,1mm de diâmetro que registra os dados de temperatura e um sensor de deslocamento LVDT (Linear Variation Differential Transducer) que registra as variações de comprimento do corpo de prova. O resfriamento objetivado foi feito com um jato controlado de nitrogênio. O ciclo térmico e os dados são processados por meio de um computador em interface com o dilatômetro usando o software DT1000.

As amostras foram austenitizadas a 950°C durante três minutos e resfriadas com as seguintes taxas de resfriamento: 0,5°C/s, 1°C/s, 5°C/s, 10°C/s, 20°C/s, 30°C/s e 40°C/s; para cada ensaio foi utilizado um corpo de prova novo. Três amostras foram utilizadas para cada taxa de resfriamento.

A superfície das amostras foi lixada e polida, a seguir atacada com nital 3%. A combinação das técnicas de microscopia, dilatométrica e dureza foram utilizadas para a caracterização das microestruturas.

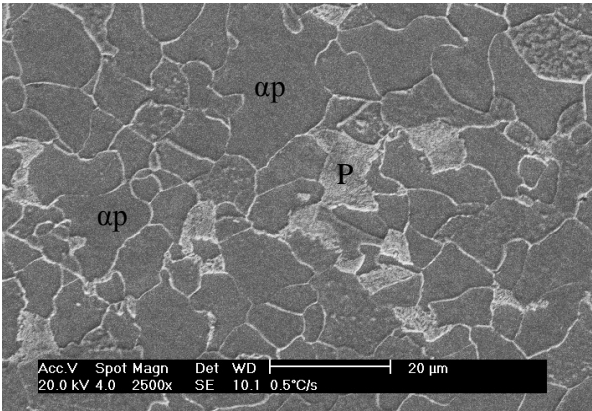
O tamanho de grão e a fração volumétrica foram determinados através do analisador de imagem da marca ImageJ.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

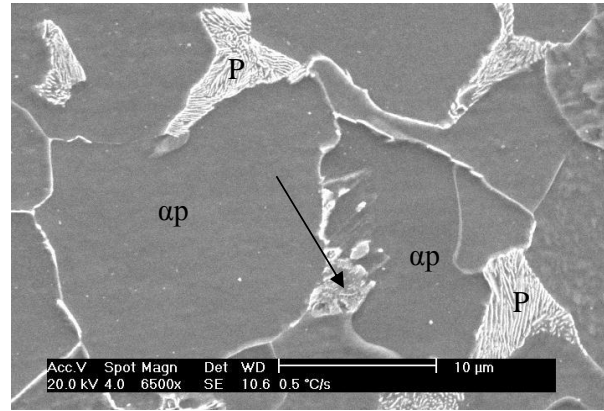
COMPARAÇÃO DAS MICROESTRUTURAS OBTIDAS PARA DIFERENTES TAXAS DE RESFRIAMENTO

A identificação dos componentes microestruturais observados nas imagens geradas por microscopia eletrônica de varredura seguiu a nomenclatura proposta por Krauss ⁽²⁾.

A microestrutura do aço para a taxa de 0,5°C/s (figura 1) foi constituída por uma matriz de ferrita poligonal e agregados eutetóides de perlita. O tamanho de grão (TG) medido da ferrita foi igual a 14µm e a fração volumétrica (FV) dos agregados eutetóides foi de 30%. A seta de cor preta indica um agregado eutetóide que possivelmente seja perlita degenerada.



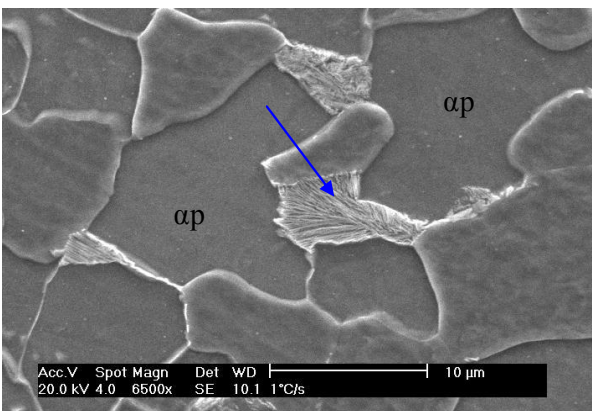
A



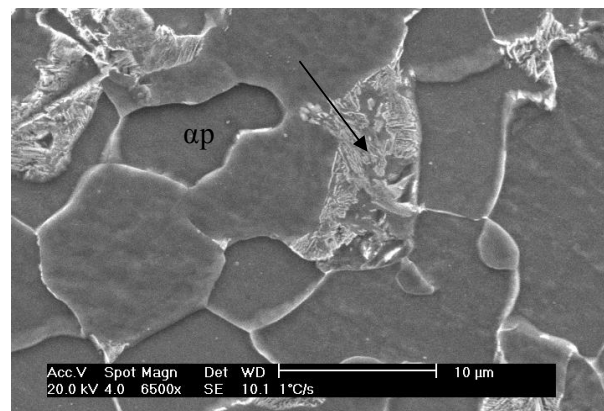
b

Figura 1- Taxa de resfriamento de 0,5°C/s. a) Matriz de ferrita poligonal e perlita. 2500X . b) Perlita e possível perlita degenerada. 6500X.

Com o aumento da taxa de resfriamento para 1°C/s, a microestrutura do aço microligado passou a ser formada por matriz de ferrita poligonal e perlita (figuras 2a e 2b). As lamelas de perlita nesta taxa de resfriamento, indicadas pela seta de cor azul na figura 2a, apresentam-se mais finas; há formações de ferrita poligonal ao redor da perlita. A formação de perlita fina para esta taxa de resfriamento foi resultado do menor tempo de transformação das lamelas de cementita e ferrita. Na figura 2b observam-se lamelas de cementita descontínuas que pertencem a uma possível perlita degenerada. O TG médio de ferrita foi de 14μm e a FV dos agregados eutetóides foi de 32%.



a



b

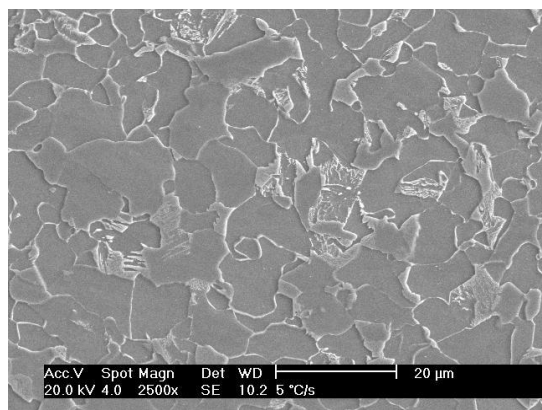
Figura 2- Microestruturas presentes na amostra. a) Lamelas finas de Perlita indicada pela seta de cor azul. b) Agregados eutetóides indicados pela seta de cor preta.

Diversos autores, como Zhang, Shanmugam, e Park, descrevem a presença de perlita degenerada em aços microligados com nióbio ^(3, 4, 5). Shanmugam e outros ⁽⁵⁾, em um estudo com diferentes tipos de aços microligados sugeriram que o aumento da tenacidade de aços microligados ao Nb pode ser atribuído a um aumento na quantidade de perlita degenerada presente nestes aços.

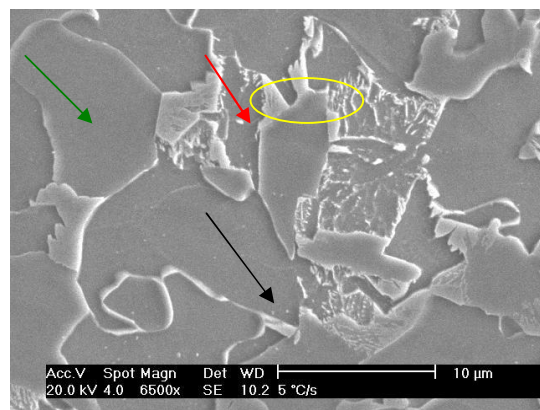
Park e outros ⁽⁴⁾, estudaram como a microestrutura influencia o aprisionamento de H durante a fratura induzida por H. Três diferentes tipos de microestrutura foram analisados: ferrita/perlita degenerada, ferrita/ferrita acicular e ferrita/bainita. O aprisionamento de H foi avaliado por medidas de permeabilidade e pela difusividade aparente. Através dos resultados obtidos estes autores concluíram que a perlita degenerada é a microestrutura menos eficiente no aprisionamento de H.

Aumentando a taxa de resfriamento para 5°C/s, a microestrutura passou a ser constituída por ferrita poligonal, ferrita quase poligonal em menor quantidade e agregados eutetóides (figura 3a).

O TG médio de ferrita foi de 13µm e a FV dos agregados eutetóides aumentou para 39%. Os agregados eutetóides observados para essa taxa de resfriamento apresentam diferentes morfologias. Na figura 3b, a seta de cor vermelha indica a possível formação de microconstituente martensita/austenita retida (MA) no contorno de grão. O agregado eutetóide (possivelmente bainita) foi indicado pela seta de cor verde e outro agregado eutetóide foi indicado pela seta de cor preta, que possivelmente se trata de perlita degenerada. A elipse de cor amarela detalha a formação de um grupo de lamelas paralelas ou quase paralelas de um agregado



a



b

Figura 3- Taxa de resfriamento de 5°C/s. a) Matriz de ferrita poligonal com menor presença de perlita. 2500X. b) Possível perlita indicada pela elipse e perlita degenerada indicada pela seta de cor preta. 6500X.

eutetóide que aparenta ser perlita.

Sob taxa de resfriamento de 10°C/s a microestrutura constituiu-se de ferrita poligonal, ferrita quase poligonal, agregados eutetóides e microconstituente MA. Através da figura 4**Figura** a, nota-se que os grãos tornaram-se mais refinados, o TG de ferrita ficou igual a $10\mu\text{m}$ e a FV dos agregados eutetóides aumentou para 42%. O MA foi encontrado no contorno de grão (indicado pela seta de cor vermelha na figura 4b).

Os agregados eutetóides apresentam-se mais compactos, como indica a seta de cor verde na figura b; neste caso o agregado eutetóide pode ser bainita. A seta de cor preta indica agregado eutetóide que pode ser perlita degenerada.

A partir da análise das figuras 4a e 5a, observa-se nesta última maior concentração de agregados eutetóides de característica compacta, acontecendo exatamente o oposto com a concentração de perlita degenerada. Comparando o tamanho de grão de perlita degenerada (figura 5b) com as taxas de resfriamento apresentadas anteriormente, pode-se observar que houve uma diminuição no tamanho de grão de perlita degenerada, sendo necessário a utilização de maiores aumentos no MEV para caracterizar esta microestrutura. A possível razão para explicar a diminuição do TG e da fração de perlita degenerada está no fato de que para esta taxa de resfriamento o tempo de transformação para a formação de perlita degenerada foi muito curto, favorecendo a formação dos agregados eutetóides compactos.

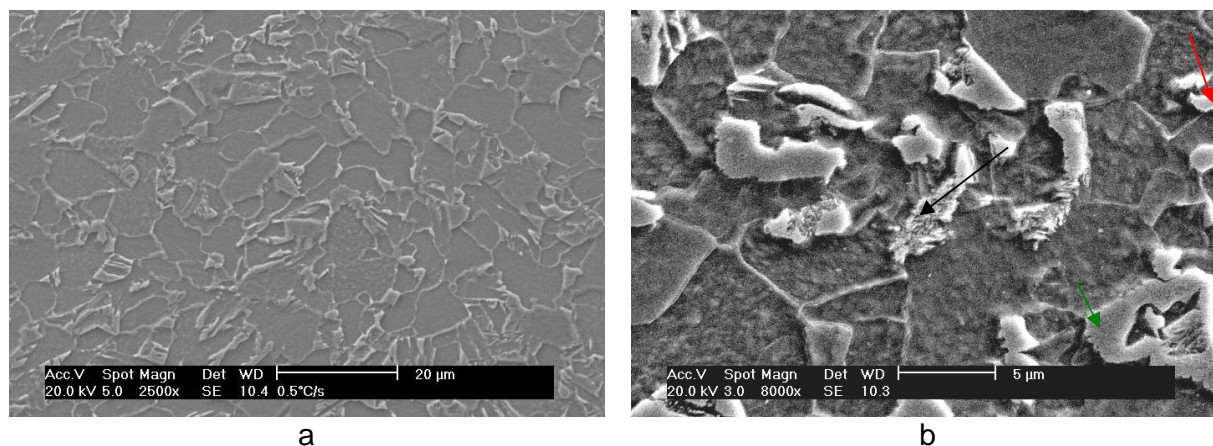


Figura 4- Taxa de resfriamento de 10°C/s . a) Imagem ampliada 2500X. b) Imagem ampliada 8000X.



Figura 5- Microestrutura para taxa de 10°C/s. a) perlita degenerada, agregados eutetóides compactos e ferrita. b) perlita degenerada no detalhe.

Para a taxa de resfriamento de 20°C/s o TG de ferrita foi igual a 7µm e a FV dos agregados eutetóides foi de 57%, e a microestrutura constitui-se por ferrita quase poligonal, agregados eutetóides compactos e MA refinado. A seta de cor preta na figura 6b indica a presença de agregado eutetóide (possivelmente bainita) e a presença de MA no contorno de grão (seta de cor vermelha). A morfologia do microconstituente MA para esta taxa de resfriamento apresenta-se mais refinada.

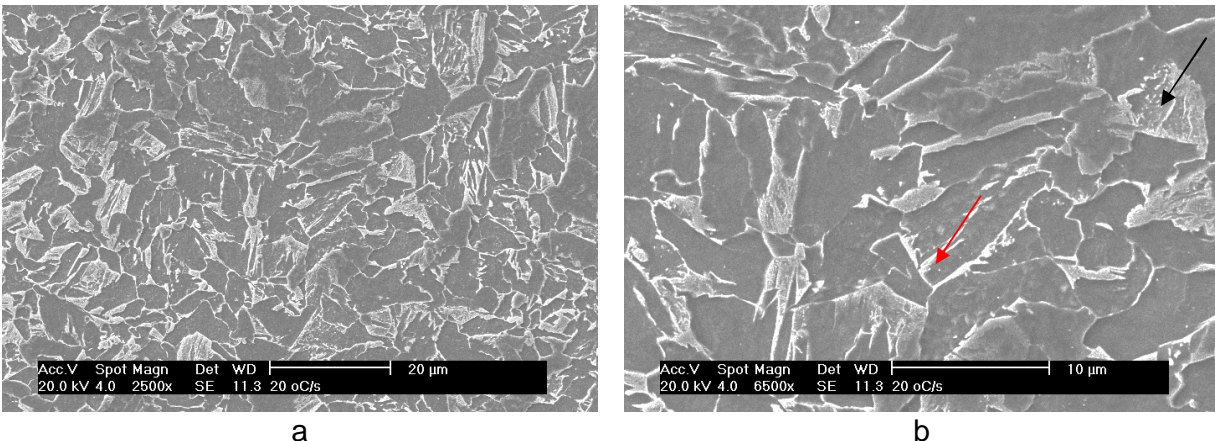


Figura 6- Taxa de resfriamento de 20°C/s. a) Imagem ampliada a 2500X. b) Imagem ampliada a 6500X.

Sob taxa de resfriamento de 30°C/s nota-se que o tamanho de grão de ferrita continua a diminuir, com tamanho aproximado de 6,2µm (figura 7a). A fração volumétrica dos agregados eutetóides foi maior do que a de ferrita, aproximadamente 68%. As setas de cor preta na figura 7b indicam agregados que

podem ser bainita, enquanto que a seta de cor vermelha indica a possível presença de MA.

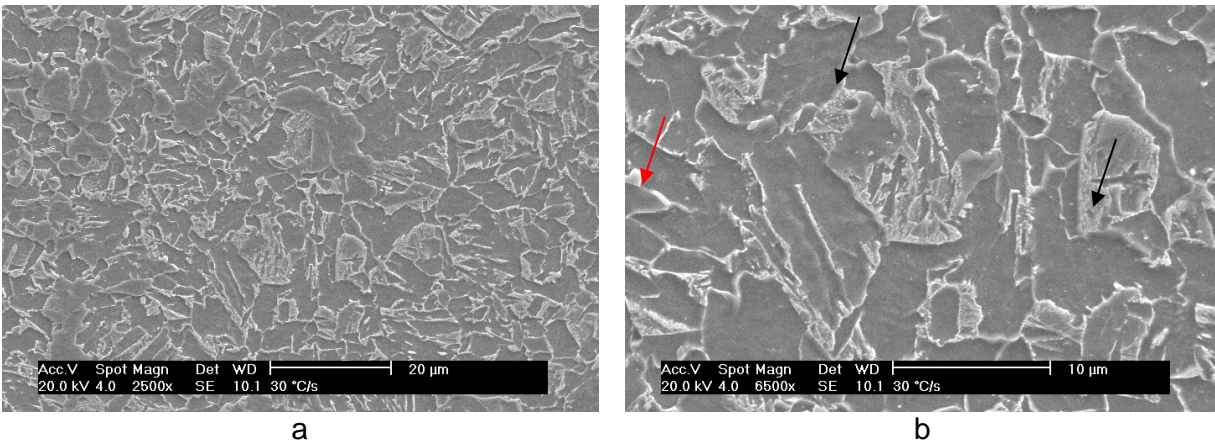
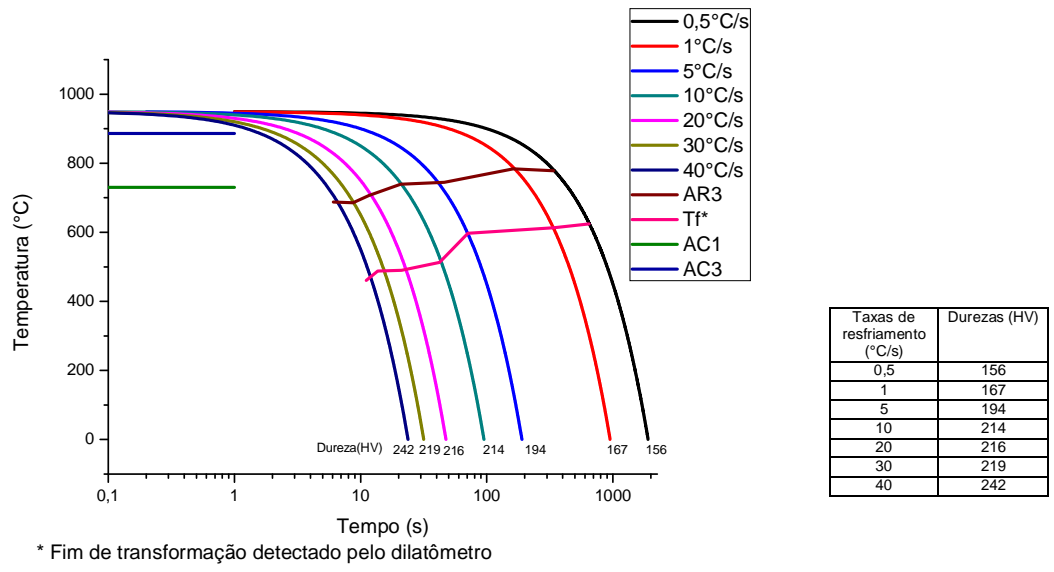


Figura 7- Taxa de resfriamento 30°C/s. a) Imagem ampliada a 2500X. b) Imagem ampliada a 6500X.

CURVA DE TRANSFORMAÇÃO POR RESFRIAMENTO CONTÍNUO

Através da análise das imagens obtidas por MEV e da curva TRC (figura 8) observou-se que a variação na taxa de resfriamento alterou a morfologia da microestrutura e a dureza do aço.



* Fim de transformação detectado pelo dilatômetro

Figura 8- Curva de Transformação por resfriamento contínuo do aço API X65.

À medida em que aumenta a taxa de resfriamento, observou-se que:

- A microestrutura do aço apresenta-se mais refinada;

Através da análise das figuras 1 a 7a e pelo TG de ferrita (tabela 2) nota-se que a microestrutura torna-se cada vez mais refinada. Sob altas taxas de resfriamento, a temperatura de transformação se desloca para baixo e o super-resfriamento é maior, aumentando a taxa de nucleação e o crescimento de núcleos intragranulares. A morfologia do microconstituente MA também muda conforme a taxa de resfriamento. Sob altas taxas de resfriamento, a morfologia das fases presentes é mais acicular, e conseqüentemente, a austenita retida e a martensita que conseguiu se transformar tende a apresentar geometria semelhante a das outras fases presentes no aço.

- A fração volumétrica de ferrita diminui e a fração volumétrica de agregados eutetóides aumenta (tabela 2);

O aumento da taxa de resfriamento possibilita uma rápida passagem pelo campo de nucleação de ferrita, favorecendo a nucleação de agregados eutetóides, que nucleiam em temperaturas menores.

Tabela 2: Medidas de TG, área e FV de ferrita e agregados eutetóides.

Taxa de resfriamento (°C/s)	Ferrita		Agregados eutetóides	
	TG (µm)	FV (%)	TG (µm)	FV (%)
0,5	14	70	10	30
1	14	68	12	32
5	13	61	10	39
10	10	58	9	42
20	7	43	10	57
30	6	32	8	68
40	8	31	12	69

- A dureza aumenta (figura 8);

A mobilidade das discordâncias, originadas pelas indentações, é alterada conforme aumentamos a taxa de resfriamento. A mudança da morfologia e das frações volumétricas das fases presentes para as diferentes taxas de resfriamento, estão diretamente relacionadas com a variação na medição de dureza nos corpos de prova de dilatométrica.

- A linha Ar3 assume valores menores (figura 8);

A medida que aumentamos a taxa de resfriamento a linha de transformação Ar3 diminuiu. O mesmo resultado foi obtido por Manohar e outros ⁽⁶⁾. Eles observaram

que mesmo quando a austenita é deformada a quente, a linha de transformação Ar3 apresenta valores decrescentes para maiores taxas de resfriamento. O mecanismo apresentado por esses autores para justificar a redução dos valores da linha AR3 ao se aumentar a taxa de resfriamento foi o seguinte: a linha Ar3 e a faixa de temperatura de transformações são deslocadas para temperaturas menores, aumentando o super-resfriamento e a taxa de nucleação; a baixa temperatura de transformação promove a nucleação intragranular; o aumento da taxa de resfriamento diminui a quantidade de formação de ferrita pró-eutetóide durante a transformação, devido a diminuição do tempo de transformação.

CONCLUSÃO

Foi possível determinar a curva TRC para a decomposição da austenita do aço API X65 austenitizado a 950°C e previamente solubilizado a 1200°C para taxas de resfriamento de 0,5 até 40°C por segundo. Foi possível caracterizar os microconstituintes ferrita poligonal, perlita, perlita degenerada, ferrita quase poligonal, possivelmente bainita e MA (martensita com austenita retida).

Com altas taxas de resfriamento a microestrutura e em particular o microconstituente MA tornaram-se cada vez mais refinados, ao passo que a fração volumétrica dos agregados eutetóides e a dureza aumentaram.

AGRADECIMENTOS

A COSIPA pela doação das chapas de aço API 5L X65, a CAPES pela bolsa de mestrado.

REFERÊNCIAS

1 SICILIANO, F. Materiais para gasodutos aços de alta resistência para dutos de transporte de gás e petróleo- tendências atuais. *Metalurgia e Materiais*, v. 64, p. 208-211, maio de 2008;

2 KRAUSS, G.; THOMPSON, W.. Ferritic Microstructure in Continuously Cooled Low- and Ultralow- carbon Steels. *ISIJ International, USA*, v. 35, n-8, p. 937-945, 1995;

3 ZHANG, Y. Q.; ZHANG, H. Q.; LIU, W. M.; HOU, H.. Effects on Nb on microstructure and continuous cooling transformation of coarse grain heat-affected zone in 610MPa class high-strength low-alloy structural steels. *Materials Science and Engineering A*, 2008;

4 PARK, G. T.; KOH, S. U.; JUNG, H. G.; KIM, K. Y.. Effect of microstructure on the hydrogen trapping efficiency and hydrogen induced cracking of linepipe steel. Corrosion Science, v. 50, p. 1865-1871, 2008;

5 SHANMUGAM, S.; MISRA, R. D. K.; MANNERING, T.; PANDA, D.; JANSTO, S. G.. Impact toughness and microstructure relationship in niobium- and vanadium-microalloyed steels processed with varied cooling rates to similar yield strength. Materials Science and Engineering A 437, p. 436-445, 2006;

6 MANOHAR, P. A.; CHANDRA, T.; KILLMORE, C. R.. Continuous Cooling Transformation Behavior of Microalloyed Steels Containing Ti, Nb, Mn and Mo. ISIJ International, Australia, v. 36, n-12, p. 1486-1493, 1996;

MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF API X65 STEEL COOLED AT DIFFERENT RATES AFTER AUSTENITIZATION

Abstract.

This work aims to characterize the microstructure through metallographical analysis and microhardness of microalloyed steel plate API X65 grade, employed in the manufacturing of pipes for transportation of natural gas and oil, subjected cooled at different cooling rates after austenitisation. .

The study of the microstructure of High Strength Low Alloy Steels (HSLA) when subjected to different thermal cycles allows to associate different microstructural morphologies changes in the mechanical strength and toughness of the material. Heat treatments were performed in a dilatometer at 950°C for 180s which are cooled at different rates of cooling: 0.5 °C/s, 1°C/s, 5°C/s, 10°C/s, 20°C/s, 30°C/s and 40°C/s.

Using the values of temperature and processing time for each rate of cooling which had been obtained the Continuous Cooling Transformation Curve (CCT) of the material. The microstructures and microhardness for the different rates of cooling had been discussed and interpreted based on the knowledge of the literature.

Keywords: microalloyed steels; API steels; microstructure; CCT